

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-250258

(43)Date of publication of application : 14.09.2000

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

(21)Application number : 11-052537

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 01.03.1999

(72)Inventor : SERIZAWA MANABU  
ISHIYAMA TAKAO  
SHOJI TAKESHI  
WATANABE YUKIKO  
MAEHATA HIDEO

## (54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER, ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPER AND METHOD FOR IMAGE FORMING

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily form a fixed image, specifically a full color image, whose glossiness difference due to the fixing condition of toner is reduced, whose smoothness is excellent, whose glossiness unevenness is reduced, whose image quality and reliability is excellent.

SOLUTION: The toner is constituted so as to be thermally fixed on a fixing base material. In this case, the glossiness Gm of a fixed image surface is set to be  $\geq 20\%$ , and the maximum value of the rate of change Gs of the glossiness Gm per  $1^{\circ}\text{C}$  of the difference of surface temperature when the surface temperature of a fixing member as a thermally heating means is set in the range of  $140\text{--}170^{\circ}\text{C}$  is set as  $\leq 1.8\%/^{\circ}\text{C}$ .

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 13.09.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 19.12.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-00696

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 18.01.2001

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-250258  
(P2000-250258A)

(43) 公開日 平成12年9月14日 (2000.9.14)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
G 0 3 G 9/087		G 0 3 G 9/08	3 8 1 2 H 0 0 5

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 23 頁)

(21) 出願番号	特願平11-52537	(71) 出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22) 出願日	平成11年3月1日 (1999.3.1)	(72) 発明者	芹澤 学 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(72) 発明者	石山 孝雄 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(74) 代理人	100072844 弁理士 萩原 亮一 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー、静電荷像現像剤及び画像形成方法

(57) 【要約】

静電荷像現像用トナー、静電荷像現像剤及び画像形成方法

【課題】 トナーの定着条件による光沢度差が少なく、平滑性に優れ、光沢むらの少なく、高画質で信頼性の高い定着画像、特にフルカラー画像を容易に形成することを目的とした。

【解決手段】 定着基材上に加熱定着するための静電荷像現像用トナーにおいて、定着画像表面の光沢度  $G_m$  が20%以上であり、かつ加熱定着手段としての定着部材の表面温度が140～170℃の範囲における前記表面温度の差1℃当たりの前記光沢度の変化率  $G_s$  の最大値が1.8%/℃以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー、静電荷像現像剤、及び画像形成方法である。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 定着基材上に加熱定着するための静電荷像現像用トナーにおいて、定着画像表面の光沢度G<sub>m</sub>が20%以上であり、かつ加熱定着手段としての定着部材の表面温度が140～170℃の範囲における前記表面温度の差1℃当たりの前記光沢度の変化率G<sub>s</sub>の最大値が1.8%/℃以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項2】 キャリアとトナーとを含有する静電荷像現像剤において、前記トナーが請求項1記載の静電荷像現像用トナーであることを特徴とする静電荷像現像剤。

【請求項3】 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び、前記トナー画像を定着部材上に定着する工程を含む画像形成方法において、請求項1～7のいずれか1項に記載の静電荷像現像用トナーを用い、定着部材の表面温度を140～170℃の範囲で定着し、定着画像表面の光沢度が20%以上で、前記定着部材の表面温度差1℃当たりの前記光沢度の変化率が1.8%/℃以下の定着画像を形成することを特徴とする画像形成方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真法等で静電潜像を現像するために用いる静電荷像現像用トナー、静電荷像現像剤及び画像形成方法に関する。

**【0002】**

【従来の技術】 電子写真法等のように、静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は現在各種の分野で広く利用されている。電子写真法は、帯電工程、露光工程等を経て感光体上に静電荷像を現像し、転写工程、定着工程等を経て静電荷像が可視化される。

【0003】 電子写真法において、帯電工程、露光工程等により感光体上に静電荷像が形成され、現像剤で現像され、転写工程を経て定着基材上に形成されたトナー画像は、定着工程で加熱、溶融され、定着基材上に定着される。定着工程では定着ロール等の定着部材によりトナーだけでなく、転写用紙等の定着基材も必要温度に加熱され、トナーは定着基材に定着される。定着基材への加熱が不十分であると、定着部材からの加熱によりトナーだけが溶融し、定着部材へ付着するいわゆるコールドオフセットが発生する。また、加熱しすぎると、トナーの粘度が低下しすぎて、定着層の一部又は全部が定着部材側に付着するいわゆるホットオフセットが発生する。したがって、定着部材からの加熱によりコールドオフセットとホットオフセットが共に発生しない定着領域を確保する必要がある。

【0004】 定着工程においては、定着時に加熱された定着部材から定着基材への熱移動、定着基材に含まれる

水分等の蒸発潜熱等により、定着部材に予め設定した温度に対し、定着部材表面の温度は低下しやすい。通常の場合は設定温度との差に応じて、定着部材を再度加熱して設定温度に戻そうとするが、例えば連続定着等においては、定着部材表面からの熱放出が定着部材表面への熱供給よりも大きいために定着部材の表面温度は低下する傾向にある。さらに定着を続けると、前記の熱供給と前記の熱放出が逆転して熱供給が熱放出を上回り、いわゆるオーバーシュートが生じる。この問題を解決するためには、例えば定着部材表面温度をセンサーで検知して高度に制御する方法もあるが、コストを押し上げることになり一般的でない。このように設定温度が一定であっても定着部材表面の温度は絶えず変化するので、安定した画像をえるためには定着領域は広い方がよい。特に近年の小型化、高速化に対してはこの傾向が顕著である。

【0005】 また、エネルギーの省力化への要請の高まりに伴い、複写機の使用電力のうち相当程度を占める定着工程の省電力化と、定着領域の拡大を図るためには、トナーの定着温度を一層低下させる必要がある。トナーの定着温度の低下は、省電力化と定着領域の拡大に加えて、電源入力時に定着ロール表面が定着可能温度になるまでの待ち時間、いわゆるウォームアップタイムの短縮化、定着ロールの長寿命化を可能にする。

【0006】 しかし、トナーの定着温度を低温化させると、同時にトナー粒子のガラス転移点を低下させることになり、トナーの保存性と両立させることが困難になる。低温定着化とトナーの保存性の両立を図るためには、トナーのガラス転移温度をより高温に保ったまま、高温領域でトナーの粘度を急速に低下させるいわゆるシャープメルト性を保持することが重要になるが、前記のように定着部材の表面温度は定着により絶えず変化するために、シャープメルトを生ずる温度の設定により定着性能に変動が生ずる。特にカラートナーを使用する場合、定着画像表面の光沢度、混色性等が必要になるが、定着部材の表面温度の変動は光沢度、混色性に大きな影響を及ぼし、かつ連続定着時の初期と後期で定着画像の光沢度、混色性を著しく変化させ、画質の信頼性を著しく低下させることになる。

【0007】 さらに、定着基材に凹凸があると、定着部材から定着基材への熱供給に差が生じ、一般的には凹部の方が凸部よりも伝熱が速いために、実質的に凹部は凸部に比較して、より高温で定着されることになる。その結果、温度差による光沢度に変化が生じて画質の信頼性を低下させる。

【0008】 この問題を解決するためにはトナーの分子量を増加させるなどの方法がある。この方法は極端に光沢度を低下させて光沢度の差を減少させる方法である。しかし、カラートナーを透明フィルム等に定着する場合は、透明性を得ることができない。また、定着部材と定着基材との接触時間を増加させることにより、定着温度

差を減少させ、光沢度差を低下させる方法があるが、この方法は複写機の高速化に対応できないなどの問題がある。

【0009】これらの問題を解決するために、例えば特開平5-341564号公報では、トナーにゲル成分を含有させて高温定着領域を得る方法が提案されている。しかし、ゲル成分を含有させることは同時に透明性を低下させることになり、特に透明フィルムに定着させる場合は透明性が悪化し、フィルムを透過した透過光が濁った色になるため、カラートナーには適用することができない。

【0010】また、特開平7-199583号公報及び特開平6-19204号公報では、フルカラー画像の光沢度をバランスさせるために、黒トナーのみ低光沢度にすることが提案されているが、連続複写時の光沢度差には対応することができない。さらには、特開平2-245775号公報では、トナーの結着樹脂に低分子量物質と粘着樹脂を添加し、定着部材と定着基材との接触時間を規定することにより、所望の光沢度を得る方法が提案されている。この方法によれば定着領域が広く、かつ所望の光沢度、透明性を持つトナーを得ることができるが、連続複写による光沢度差には対応することができない。それ故、光沢度、透明性、定着領域のバランスの取れたトナーへの要請は高い。

#### 【0011】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は、フルカラートナーにおける前記の問題を解消し、以下の目的を達成することを課題とする。

- ① 定着性、特に定着画像における平滑性、透明性、混色性、発色性と定着領域の優れた静電荷像現像用トナーを提供すること。
- ② トナーの定着条件による光沢度差が少なく、そのため連続複写時における光沢度差と同時に、複写体上の光沢むらの少ない定着画像を形成できる、信頼性の高い静電荷像現像用トナーを提供すること。
- ③ 高画質で信頼性の高いフルカラー画像を容易にかつ簡便に形成することのできる画像形成方法を提供すること。
- ④ クリーニング機構を有しないいわゆるクリーナーレスシステムにおいても高画質を得ることのできる画像形成方法を提供すること。
- ⑤ クリーナーから回収されたトナーを再利用する、いわゆるトナリサイクルシステムへの適性も高く、高画質を得ることのできる画像形成方法を提供すること。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記の構成を採用することにより前記の課題の解決を可能にした。

(1) 定着基材上に加熱定着するための静電荷像現像用トナーにおいて、定着画像表面の光沢度 $G_m$ が20%以上であり、かつ加熱定着手段としての定着部材の表面温度が140～170℃の範囲における前記表面温度の差1℃当た

りの前記光沢度の変化率 $G_s$ の最大値が1.8%/℃以下であることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【0013】(2) ゲルパーミューションクロマトグラフィー(GPC)で測定した前記トナーの重量平均分子量 $M_w$ が35,000～220,000の範囲にあり、体積平均分子量 $M_n$ が5,000以上の範囲にあり、ピーク分子量の最大値 $M_p$ が8,000～30,000の範囲にあり、かつガラス転移温度 $T_g$ が40～80℃の範囲にあることを特徴とする前記(1)記載の静電荷像現像用トナー。

【0014】(3) 前記定着部材の表面温度が140～170℃の範囲において、定着画像表面の光沢度の変化率が最大になる前記表面温度で加熱定着するときの、定着画像表面の粗さをJIS B 0601で測定し、算術平均粗さ $R_a$ が5.0 $\mu m$ 以下、十点平均粗さ $R_z$ が15.0 $\mu m$ 以下、最大高さ $R_y$ が35 $\mu m$ 以下、凹凸の平均間隔 $S_m$ が0.80mm以下、及び局部山頂の平均間隔 $S$ が0.50mm以下であることを特徴とする前記(1)又は(2)記載の静電荷像現像用トナー。

【0015】(4) 前記トナーが1種類以上の離型剤を含有することを特徴とする前記(1)～(3)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナー。

(5) 前記トナー中の前記離型剤の含有量が0.5～50重量%の範囲にあることを特徴とする前記(1)～(4)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナー。

【0016】(6) トナーの累積体積平均粒径 $D_{50}$ が3～10 $\mu m$ であることを特徴とする前記(1)～(5)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナー。

(7) 前記トナーが、シアン顔料、マゼンタ顔料、及びイエロー顔料の群から選ばれる1種以上の着色剤を含有することを特徴とする前記(1)～(6)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナー。

【0017】(8) キャリアとトナーとを含有する静電荷像現像剤において、前記トナーが前記(1)～(7)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナーであることを特徴とする静電荷像現像剤。

(9) 前記キャリアが樹脂被覆層を有することを特徴とする前記(8)記載の静電荷像現像剤。

【0018】(10) 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び前記トナー画像を定着部材上に定着する工程を含む画像形成方法において、前記(1)～(7)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナーを用い、定着部材の表面温度を140～170℃の範囲で定着し、定着画像表面の光沢度が20%以上で、前記定着部材の表面温度差1℃当たりの前記光沢度の変化率が1.8%/℃以下の定着画像を形成することを特徴とする画像形成方法。

【0019】(11) 前記定着部材として、水との接触角が80°以上のものを用い、前記定着部材の接触時の圧力を

0.1 ~ 10kg/cm<sup>2</sup> の範囲、前記定着部材と未定着トナーとの接触時間を0.02 ~ 0.5 秒の範囲に調整することを特徴とする前記(10)記載の画像形成方法。

#### 【0020】

【発明の実施の形態】一般的に加熱定着用トナーの光沢度は樹脂の熱特性により決定される。粉体のトナーは現像工程で感光体上の潜像を現像し、転写工程を経て定着基材上へ転写される。定着工程において定着基材上のトナーは定着基材とともに、加熱された定着部材により溶融定着されるが、この時加熱温度が樹脂の溶融温度に比較して低いと、トナーは十分に溶融せず、粉体の粒状性を維持したまま定着基材上に定着される。その結果、画像表面は平滑性が乏しく、光沢度も低い上、折り曲げ等に対して脆い定着画像となる。

【0021】前記加熱温度を高温にすると、トナーは溶融してトナー溶融粒子の一体化がすすむため、画像表面の平滑性が向上して光沢度が増加する。一般的に、このトナーの溶融は140 ~ 170 °C付近の温度領域に対し敏感であるため、定着部材の表面温度、定着基材の凹凸に影響を受けやすい。

【0022】一般的にトナーの溶融しやすさは樹脂の分子量、ガラス転移温度等により決定される。より低温領域で高光沢度のトナーを得るためには、より低温領域で溶融しやすい分子量の小さい樹脂を使用する方が有利である。しかし、より高温領域では溶融しすぎて、いわゆるホットオフセットが発生する。このホットオフセットの発生を防止するために分子量の大きな樹脂を使用すると、ホットオフセットは防止されるが低温領域で定着することができない。一般的に樹脂の分子量を単純に移動するだけでは、定着領域（ホットオフセット発生温度とコールドオフセット消滅温度の差）が定着温度により上下するだけで、定着領域を拡大することができないだけでなく、定着部材表面の温度変化に伴うグロスむらも解決できない。

【0023】定着領域を拡大するために、例えば分子量数千の樹脂と、百万以上の樹脂とを混合する手段が提案されている。しかし、定着領域は拡大するものの、透明性、光沢度が極端に低くなるため、カラートナー用樹脂としては不向きである。

【0024】前記の問題を解決するために、例えば分子量10,000程度の樹脂から20数万程度の樹脂を複数種混合したり、微量の架橋成分を添加する方法がある。従来、トナーに高分子量成分を添加する場合、例えば500,000以上の成分を10重量部程度添加するとホットオフセットに対しては効果がほとんどなく、透明性だけが低下する。また、100,000以下の成分を添加すると、ホットオフセットに効果がないか、より大量に添加すると低温定着が難しくなるなど、トナーの定着特性としてはバランスが悪い。

【0025】そこで、本発明では、定着画像表面の光沢

度を20%以上とし、定着部材の表面温度が140 ~ 170 °Cの範囲における前記定着部材の表面温度差1°C当たりの前記光沢度の変化率の最大値を1.8 %/°C以下にすることにより、連続複写時における定着部材の温度変化に起因するカラートナー定着像の画像間の光沢度差、定着基材内の凹凸に起因する画像内の光沢度差を減少させ、画像の信頼性を向上させると同時に、透明性を維持しつつ、定着領域の広い静電荷像現像用トナーの提供を可能にした。前記温度に対する光沢度の変化率の最大値が1.8%/°Cを上回ると、定着挙動に画像間、画像内で差が生じ、連続定着時の画像間における光沢度差、同一画像内における光沢度むらを生じ、著しく信頼性に欠ける定着画像となる。また、定着画像表面の光沢度が20%を下回ると、白黒トナーでは問題がないが、カラートナーでは特にフィルム上における画像に透明性がなくなり、透過光を通過した画像の透明性が著しく低下するので好ましくない。

【0026】本発明において、定着部材の表面温度差1°C当たりの前記光沢度の変化率の最大値を求める温度は140 ~ 170 °Cの範囲が適当である。通常のトナーは140 °C未満にコールドオフセット領域を持つため光沢度を測定することはできない。また、170 °Cを超える領域のトナーは省力化への要求に応えることができず好ましくない。

【0027】一般に定着画像表面は定着基材、定着部材等の凹凸、これらに伴う加熱条件の部分的な差によって定着画像表面粗さを生じ、前記定着画像表面粗さは光沢度に大きな影響を与える。本発明における定着画像の表面粗さを表す特性値はいずれも小さいほど画像表面が平滑である。本発明では、定着部材の表面温度が140 ~ 170 °Cの範囲において、定着画像表面の光沢度の変化率が最大になる前記表面温度で加熱定着するときの、定着画像表面の粗さをJIS B 0601で測定し、算術平均粗さR<sub>a</sub>が5.0 μm以下、十点平均粗さR<sub>z</sub>が15.0 μm以下、粗さを示す最大高さR<sub>y</sub>が35 μm以下、粗さを示す凹凸の平均間隔S<sub>m</sub>が0.80mm以下、及び粗さを示す局部山頂の平均間隔S<sub>q</sub>が0.50mm以下であることが好ましい。特に、R<sub>a</sub>が4.0 μm以下、十点平均粗さR<sub>z</sub>が11.0 μm以下、粗さを示す最大高さR<sub>y</sub>が25 μm以下、粗さを示す凹凸の平均間隔S<sub>m</sub>が0.50mm以下、及び粗さを示す局部山頂の平均間隔S<sub>q</sub>が0.30mm以下であることが好ましい。

【0028】R<sub>a</sub>が5.0 μmを超えると定着画像表面の光沢度が減少し、特に透明フィルム上の透明性が損なわれるため好ましくない。R<sub>z</sub>が15.0 μmを超えるとトナー像の厚みに差が生ずるため、光沢度が低下するとともに折り曲げ等の画像安定性が悪化するため好ましくない。R<sub>y</sub>が35 μmを超えるとトナー像の厚みに差が生ずるため、光沢度が低下するとともに、画像のこすり合わせによる画像欠陥が生じやすくなるため好ましくない。S<sub>m</sub>が0.80mmを超えると光沢度の差が顕著になるので好

ましくない。Sが0.50nmを超えると光沢度が低下するため好ましくない。

【0029】本発明のトナーに用いる着色剤は、シア  
ン、マゼンタ、イエロー顔料から選ばれる少なくとも1  
種を含有することが好ましい。顔料を1種単独で用いて  
もよいし、同系統の顔料を2種以上混合して用いてもよ  
い。また、異系統の顔料を2種以上混合して用いてもよ  
い。着色剤としては、例えば、クロムイエロー、ハンザ  
イエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノ  
リンイエロー、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロン  
オレンジ、バルカンオレンジ、ウオッチヤングレッド、  
パーマネントレッド、ブリリアントカーミン3B、ブリリ  
アントカーミン6B、デュボンオイルレッド、ピラゾロン  
レッド、リソールレッド、ローダミンBレーキ、レーキ  
レッドC、ローズベنگル、アニリンブルー、ウルトラ  
マリンプール、カルコオイルブルー、メチレンブルー  
クロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリ  
ーン、マラカイトグリーンオキサレートなどの顔料；ア  
クリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノ系、  
アジン系、アントラキノ系、ジオキサジン系、チアジ  
ン系、アゾメチン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フ  
タロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチン系、  
トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアゾ  
ール系、キサンテン系などの染料が挙げられる。これらの  
着色剤に透明度を低下させない程度にカーボンブラック  
等の黒色顔料や染料を混合してもよい。

【0030】また、本発明では、ゲルパーミエーション  
クロマトグラフィー(GPC)で測定した前記トナーの重量  
平均分子量Mwを35,000~220,000の範囲に、体積平均  
分子量Mnを5,000以上の範囲に、かつピーク分子量の  
最大値Mpを8,000~30,000の範囲にすることが好まし  
い。ピーク分子量の最大値Mpを10,000~30,000の範囲  
に限定することにより、低温領域における定着性、特に  
CHP透明性と被定着シートの表面光沢度を確保すること  
ができ、同時に重量平均分子量Mwを35,000~220,000  
の範囲に増加させることにより、高温側での定着性、即  
ち、HOTと表面光沢度を確保でき、その結果、各温度に  
おける光沢度をほぼ均一にすることができ、温度間にお  
ける光沢度差を減少させることができるようになった。  
Mpが、10,000を下回ると、高温でのトナーの染み込み  
が発生し、光沢度を維持することができなくなる。Mp  
が30,000を超えると、低温における定着性が悪化する。  
また、Mwが35,000を下回ると高湿側でのホットオフセ  
ットの発生とそれともなう光沢度の低下が発生しやす  
く、220,000を超えると低温定着性が低下する。さら  
に、Mnが5,000を下回ると画像の折り曲げによる画像  
欠陥が生じやすくなる。なお、Mwの好ましい範囲は5  
0,000~150,000であり、さらに好ましい範囲は65,000  
~120,000であり、Mpの好ましい範囲は8,000~25,0  
00であり、さらに好ましい範囲は8,000~15,000であ

り、また、Mnの好ましい範囲は7,000以上であり、さ  
らに好ましい範囲は10,000以上である。

【0031】本発明のトナーのガラス転移温度Tgは40  
~80℃、好ましくは45~75℃、さらに好ましくは50~70  
℃の範囲が適当である。40℃を下回るとトナーの保存性  
に問題があり、80℃を超えるとトナー定着に必要な熱量  
が増加し過ぎるため、トナーの省電力化、高速化に対応  
できないという問題もある。

【0032】本発明のトナーには、例えば下記の熱可塑  
性樹脂を結着樹脂として使用することができる。具体的  
には、スチレン、パラクロロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチ  
レン等のスチレン類の単独重合体又は共重合体（スチレ  
ン系樹脂）；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、ア  
クリル酸n-プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリ  
ル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタク  
リル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-  
プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エ  
チルヘキシル等のビニル基を有するエステル類の単独重  
合体又は共重合体（ビニル系樹脂）；アクリロニトリ  
ル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類の単独重  
合体又は共重合体（ビニル系樹脂）；ビニルメチルエー  
テル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類  
の単独重合体又は共重合体（ビニル系樹脂）；ビニルメ  
チルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニ  
ルケトン類の単独重合体又は共重合体（ビニル系樹  
脂）；エチレン、プロピレン、ブタジエン、イソブレン  
等のオレフィン類の単独重合体又は共重合体（オレフィ  
ン系樹脂）；エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウ  
レタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエ  
ーテル樹脂等の非ビニル縮合系樹脂、及びこれらの非ビ  
ニル縮合系樹脂とビニル系モノマーとのグラフト重合体  
などが挙げられる。これらの樹脂は単独で用いてもよい  
し、2種以上を併用してもよく、トナーのMw、Mn、  
Mp、Tgが前記の範囲にあれば所期の定着特性を維持  
することができる。また、ゲル等の溶媒不溶成分も透明  
性を実質的に低下させない範囲であればトナー中に分有  
されていてもよい。

【0033】本発明のトナーは、オイルレス定着化への  
要請に対応し、必要に応じて離型剤を添加してもよい。  
離型剤の添加により、従来定着部材表面に付与していた  
シリコンオイル等の剥離助剤を省くことができ、剥離  
助剤の定着基材への移行による光沢度むらを防止できる  
だけでなく、定着装置の構成を単純にすることができる  
ため、装置の小型化にも沿ったものである。

【0034】本発明のトナーで使用する離型剤として  
は、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低  
分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシ  
リコン類；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシ  
ノール酸アミド、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド  
類；カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリ

ラワックス、木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス；ミツロウ等の動物系ワックス；モンタンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシュアトロブシワックス等の鉱物・石油系ワックス；ステアリン酸ステアリル、ベヘン酸ベヘニル等の高級脂肪酸と高級アルコールとのエステルワックス類；ステアリン酸ブチル、オレイン酸プロピル、モノステアリン酸グリセリド、ジステアリン酸グリセリド、ペンタエリスリトールテトラベヘネート等の高級脂肪酸と単価又は多価低級アルコールとのエステルワックス類；ジエチレングリコールモノステアレート、ジプロピレングリコールジステアレート、ジステアリン酸ジグリセリド、テトラステアリン酸トリグリセリド等の高級脂肪酸と多価アルコール多量体とからなるエステルワックス類；ソルビタンモノステアレート等のソルビタン高級脂肪酸エステルワックス類；コレステリルステアレート等のコレステロール高級脂肪酸エステルワックス類などを挙げることができる。これらの離型剤は単独で使用してもよく、2種以上を併用して用いてもよい。

【0035】これらの離型剤の添加量は、トナー重量に対して0.5～50重量％、好ましくは1～30重量％、より好ましくは5～15重量％の範囲が適当である。0.5重量％を下回ると離型剤の添加効果が発揮されず、50重量％を超えると定着時の画像表面への染み出しが不十分となり、画像中に離型剤が残留して透明性を悪化する要因となる。

【0036】本発明のトナーの累積体積平均粒径 $D_{50}$ は良質な画質を得るために3～10 $\mu\text{m}$ の範囲が好ましい。10 $\mu\text{m}$ を超えると定着画像表面に凹凸が生じ易くなり、光沢度むらの原因となる。また、3 $\mu\text{m}$ を下回ると現像剤の寿命が短くなるので好ましくない。

【0037】本発明のトナーは、混練粉碎法、懸濁重合法、溶解懸濁法、乳化重合凝集法など、適宜の方法で製造することができる。懸濁重合法は着色剤、離型剤などを重合性単量体とともに懸濁させて懸濁重合する方法である。また、溶解懸濁法は樹脂、着色剤、離型剤などのトナー構成材料を有機溶媒に溶解させ、水系溶媒中に懸濁状態で分散させた後に有機溶媒を除去してトナーを得る方法である。乳化重合凝集法は樹脂粒子を分散する液を乳化重合で作製し、着色剤、離型剤などの分散液とともにヘテロ凝集させ、その後融合・合一する方法である。本発明のトナーは請求項に規定した要件を満たせば所期の効果を奏することができ、製法には制限されない。しかし、最も適した方法は前記の乳化重合凝集法である。

【0038】混練粉碎法は、樹脂粒子、着色剤粒子、離型剤粒子等を乾式で混合した後に、パンバリーミキサー、エクストルーダー、加圧ニーダー等を用いて、加熱混合、加圧混合等して、樹脂を溶融し、着色剤、離型剤

等と共に混練した後冷却し、破碎ミル等で破碎した後、ジェットミル等により粉碎する。得られた粉碎物をエルボージェット等により風力分級し、粒径及び粒度分布を調整するものである。

【0039】混練粉碎法は、粉碎時に離型剤がトナー表面に露出しやすくなるため、定着時に離型剤の溶融と樹脂の溶融が同時に進行するので、特に定着ロール等の定着部材と転写用紙等の定着基材との接触時間が短い場合に、表面光沢度にむらが生じ易くなる。さらに、トナー表面に離型剤が存在するため、トナーの粉体特性が悪化する。また、離型剤量の添加可能範囲も制限される。

【0040】懸濁重合法は、重合性単量体に分散安定剤等を添加した水系媒体中へ、着色剤粒子、離型剤粒子等を懸濁させ、所望の粒径、粒度分布に分散させた後、加熱等の手段により重合性単量体を重合し、その後重合物を水系媒体から分離し、必要に応じて洗浄、乾燥してトナーを得るものである。

【0041】懸濁重合法は、懸濁後に高い剪断力をかけて水相中に油相粒子を分散させた後に重合するため、分散を均一にすることが難しく、トナーの粒度分布が広くなりやすい。また、離型剤の遊離が分散時に生じ易くなるため、トナー間の剥離に差が生じ、光沢度むらが生じ易い。その結果、定着条件が制限される。

【0042】溶解懸濁法は、樹脂粒子、着色剤粒子、離型剤粒子等を有機溶媒等の油相中で溶解分散させた後、分散安定剤等を水系媒体中に分散させた水相中に高速で攪拌しながら前記油相を分散することにより所望の粒径、粒度分布を持つ分散粒子を形成し、加熱、減圧等により前記有機溶媒を除去し、その後分散粒子を水系媒体から分離、必要に応じて洗浄、乾燥させることによって、トナーを得るものである。

【0043】溶解懸濁法では、懸濁時に有機溶媒を用いて水系溶媒に分散させるため、溶媒の極性の影響を受け易く、材料の選択に制約を受けることがある。また、懸濁重合法と同様に分散のために高い剪断力をかける必要があり、その結果、離型剤等が遊離し易く、トナー間に組成のバラツキが生じ易い。

【0044】乳化重合凝集法は、樹脂粒子を分散する樹脂粒子分散液と、着色剤を分散する着色剤分散液と、必要に応じて離型剤を分散する離型剤分散液とを混合し、樹脂粒子と着色剤とを凝集させて凝集粒子分散液を調整する工程（以下「凝集工程」という）、及び前記凝集粒子を加熱し融合・合一してトナー粒子を形成する工程（以下「融合工程」という）を含む。

【0045】前記凝集工程においては、樹脂粒子分散液、着色剤分散液、必要に応じて離型剤分散液が混合され、樹脂粒子とともにヘテロ凝集して凝集粒子が形成される。そして、凝集粒子の安定化、粒径、粒度分布の制御を目的として、凝集粒子分散液とは極性が異なるイオン性界面活性剤や、金属塩等の一価以上の電荷を有する



化合物が添加される。なお融合工程においては、凝集粒子中の樹脂のガラス転移温度以上の温度に加熱して融合・合一される。

【0046】凝集粒子分散液に樹脂微粒子分散液などの追加粒子分散液を添加混合して、母粒子の凝集粒子表面に追加粒子を付着させて付着粒子分散液を調製する工程を設けることができる。この追加粒子の付着もヘテロ凝集による。融合工程では凝集粒子中の樹脂及び付着粒子中の樹脂を溶融して融合・合一してトナー粒子を形成する。

【0047】乳化重合凝集法は、分散液中の樹脂微粒子などを凝集させ、より高温で凝集粒子を融合・合一させるため、粒子にかかる力は小さく、また、粒子を相互に融合・合一するため、離型剤、着色剤を均一に内包化させることができ、トナー表面の組成を均一にすることが容易である。その結果、定着工程における表面光沢度を均一にすることができる。

【0048】本発明にかかる懸濁重合法及び溶解懸濁法に用いる分散安定剤は、難水溶性で、親水性を備えた無機微粉末を用いることができる。無機微粉末としては、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム（ヒドロキシアパタイト）、クレイ、ケイソウ土、ベントナイト等が挙げられる。これらの中でも炭酸カルシウム、リン酸三カルシウム等は、微粒子の粒度形成の容易さと、前記無機粉末がトナー性能を低下するおそれがある場合にこれらを除去する容易さから好適である。なお、常温で固体の水溶性ポリマー等を用いることも可能である。具体的には、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース等のセルロース系化合物、ポリビニルアルコール、ゼラチン、デンプン、アラビアゴム等を使用できる。

【0049】本発明では、前記懸濁重合法及び溶解懸濁法における分散時の安定性を確保し、また、乳化重合凝集法における樹脂粒子分散液、着色剤分散液及び離型剤分散液の分散安定性を確保する目的で界面活性剤を用いることができる。前記界面活性剤としては、例えば硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン性界面活性剤；アミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン性界面活性剤；ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面活性剤などが挙げられる。これらの中でもイオン性界面活性剤が好ましく、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤が好適である。

【0050】本発明のトナーの製造では、一般的にアニオン性界面活性剤は分散力が強く、樹脂粒子及び着色剤の分散性に優れているため、離型剤を分散させるための界面活性剤としてはカチオン性界面活性剤が有利である。非イオン性界面活性剤は、前記アニオン性界面活性剤やカチオン性界面活性剤と併用するのがよい。前記界

面活性剤はそれぞれ単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0051】本発明で使用されるアニオン性界面活性剤の具体例としては、ラウリン酸カリウム、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油ナトリウム等の脂肪酸セッケン類；オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサルフェート等の硫酸エステル類；ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソブチルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類；ラウリルホスフェート、イソプロピルホスフェート、ノニルフェニルエーテルホスフェート等のリン酸エステル類；ジオクチルスルホコハク酸ナトリウムなどのジアルキルスルホコハク酸塩類、スルホコハク酸ラウリル2ナトリウム等のスルホコハク酸塩類などが挙げられる。

【0052】本発明で使用されるカチオン性界面活性剤の具体例としては、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩等のアミン塩類；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジヒドロキシエチルメチルアンモニウムクロライド、オレイルビスポリオキシエチレンメチルアンモニウムクロライド、ラウロイルアミノプロピルジメチルエチルアンモニウムエトサルフェート、ラウロイルアミノプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムパークロレート、アルキルベンゼンジメチルアンモニウムクロライド、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド等の4級アンモニウム塩類などが挙げられる。

【0053】本発明で使用される非イオン性界面活性剤の具体例としては、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル類；ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル類；ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンステアレート、ポリオキシエチレンオレート等のアルキルエステル類；ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンステアリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンオレイルアミノエーテル、ポリオキシエチレン大豆アミノエーテル、ポリオキシエチレン牛脂アミノエーテル等のアルキルアミン類；ポリオキ



シエチレンラウリン酸アミド、ポリオキシエチレンステアリン酸アミド、ポリオキシエチレンオレイン酸アミド等のアルキルアミド類；ポリオキシエチレンヒマシ油エーテル、ポリオキシエチレンナタネ油エーテル等の植物油エーテル類；ラウリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド類；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノバルミエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート等のソルビタンエステルエーテル類などが挙げられる。

【0054】前記界面活性剤の各分散液中における含有量は、本発明を阻害しない範囲であれば特に制限されることはないが、一般的には少量であり、具体的には0.01～10重量%、好ましくは0.05～5重量%、より好ましくは0.01～2重量%の範囲が適当である。0.01重量%を下回ると、樹脂粒子分散液、着色剤分散液、離型剤分散液等の粒子の分散性が安定を欠き、凝集を生じたり、また凝集工程における各粒子間の安定性にバラツキが生じて特定粒子の遊離が生ずるなどの問題が発生する。また、10重量%を越えると、トナー粒子の粒度分布が広がったり、また粒子径の制御が困難になる等の理由から好ましくない。一般的には粒径の大きい、懸濁重合トナーや溶解懸濁重合トナーの方が界面活性剤の使用量は少量で済み安定である。

【0055】本発明にかかる懸濁重合法及び溶解懸濁法においては、さらに、粒径及び粒度分布の調整用として、水系媒体中に粘度調整剤を含有させてもよい。粘度調整剤としては、グリセリン、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール等を挙げることができる。これらの粘度調整剤は1.0～50重量%の範囲で含有させることができる。

【0056】また、本発明にかかる溶解懸濁法に用いる有機溶媒は、常温で水への溶解度が30%程度以下のものが適当であり、具体的には、ジエチルエーテル、イソプロピルエーテル等のエーテル系溶剤、ジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン化炭化水素系溶剤、酢酸エチル、酢酸メチル、酢酸n-プロピル等のエステル系溶剤、トルエン、キシレン等の炭化水素溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン系溶剤、またはそれらの混合溶剤を用いることができる。

【0057】本発明にかかる乳化重合凝集法で用いる樹脂は、前記の中でも、ビニル系樹脂が特に好ましい。ビニル系樹脂の場合、イオン性界面活性剤などを用いて乳化重合やシード重合により樹脂粒子分散液を容易に調整できるので有利である。乳化重合凝集法に用いるビニル系モノマーとしては、例えば、アクリル酸、メタクリル

酸、マレイン酸、ケイ皮酸、フマル酸、ビニルスルホン酸、エチレンイミン、ビニルピリジン、ビニルアミンなどのビニル系高分子酸やビニル系高分子塩基の原料となるモノマーが挙げられる。その中でも、ビニル系樹脂の形成反応が容易性であることからビニル系高分子酸がより好ましい。具体的には、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、ケイ皮酸、フマル酸などのカルボキシル基を解離基として有する解離性ビニル系モノマーが、重合度やガラス転移温度の制御が容易であるところから最適である。

【0058】本発明のトナーは、目的に応じて、前記の樹脂、着色剤及び離型剤以外に、内添剤、帯電制御剤、無機粉体、有機粉体、滑剤、研磨材など、その他の成分粒子を添加させてもよい。内添剤としては、トナー特性の透明性を低下させない程度の量で所定の効果を奏するものが望ましく、例えば、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、マンガン、ニッケル等の金属、合金、又はこれら金属を含有する化合物などの磁性体などを使用できる。帯電制御剤としては、無色又は淡色のものが好ましい。例えば、4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物や、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、トリフェニルメタン系顔料などを使用することができる。

【0059】無機粉体としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、酸化セリウム等、通常トナー表面への外添剤として使用される全ての粉体を使用することができる。有機粉体としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粉体を使用することができる。なお、これらの無機粉体や有機粉体は、流動性助剤、クリーニング助剤等としても使用できる。

【0060】滑剤としては、例えば、エチレンビスステアрил酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸の金属塩等を使用することができる。研磨剤としては、例えば、前記のシリカ、アルミナ、酸化セリウムなどを使用することができる。

【0061】樹脂、着色剤及び離型剤を混合するときの、着色剤の配合量は、50重量%以下、好ましくは2～40の範囲が適当である。その他の成分は本発明の目的を阻害しない程度であれば適宜に配合してよく、一般的には極少量で有効であり、具体的には0.01～5重量%、好ましくは0.05～2重量%の範囲が適当である。

【0062】乳化重合凝集法において、樹脂粒子分散液、着色剤分散液、離型剤分散液及び追加粒子分散液における分散媒は、例えば、水系媒体などを使用でき、具体的には、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどを使用できる。これらは単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0063】本発明にかかる乳化重合凝集法において、凝集粒子分散液を調製する工程では凝集剤として一価以上の電荷を有する化合物として、前記のイオン性界面活性剤、ノニオン系界面活性剤等の水溶性界面活性剤類、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、シュウ酸等の酸類、塩化マグネシウム、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、硝酸銀、硫酸銅、炭酸ナトリウム等の無機酸の金属塩、酢酸ナトリウム、蟻酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム等の脂肪族酸、芳香族酸の金属塩、ナトリウムフェノレート等のフェノール類の金属塩、アミノ酸の金属塩、トリエタノールアミン塩酸塩、アニリン塩酸塩等の脂肪族、芳香族アミン類の無機酸塩類等が使用される。凝集粒子の安定性、凝集剤の熱的、経時的に対する安定性を考慮すると、無機酸の金属塩が性能、使用の点で好ましい。

【0064】これらの凝集剤の添加量は、電荷の価数により異なるが、いずれも少量でよく、一価の場合は3重量%以下、二価の場合は2重量%以下、三価の場合は0.5重量%以下でよい。凝集剤の量は少ない方が好ましいので、価数の多い化合物の方が適している。

【0065】本発明のトナーは表面にシリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム等の無機粉体や、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコン樹脂等の樹脂粉体を乾燥状態で剪断力を付与しながら添加してもよい。これらの無機粉体や樹脂粉体は流動性助剤やクリーニング助剤等の外添剤としても機能する。

【0066】このようにして得られる静電荷像現像用トナーは、帯電性、現像性、転写性、定着性、クリーニング性などの諸特性、特に定着画像における平滑性、透明性、均一な光沢度、混色性、発色性に優れている。また定着領域が広く、環境変動の影響を受けにくく、前記特性を安定して発揮させ維持できるので信頼性が高い。

【0067】本発明の静電荷像現像用トナーの帯電量は絶対値で10~40 $\mu$ C/gの範囲、好ましくは15~35 $\mu$ C/gの範囲が適当である。帯電量が10 $\mu$ C/gを下回ると背景部汚れ即ちカブリが発生し易くなり、40 $\mu$ C/gを超えると画像濃度が低下し易くなる。本発明の静電荷像現像用トナーの夏場(30℃、90%RH)における帯電量と、冬場(10℃、20%RH)における帯電量の比は、0.5~1.5の範囲、特に0.7~1.3の範囲にあることが好ましい。この比率が前記の範囲を外れると、トナーの環境依存性が強くなり、帯電性が安定性を欠け、実用上好ましくない。

【0068】本発明の静電荷像現像剤は、前記のトナーを含有すること以外に特に制約はないが、目的に応じて適宜の成分組成をとることができる。また、本発明の静電荷像現像剤は、前記のトナーを単独で用いて一成分系の静電荷像現像剤として調製してもよいし、キャリアと組み合わせて二成分系の静電荷像現像剤として調製して

もよい。

【0069】本発明で用いるキャリアには特に制限はなく、公知のキャリアを適宜使用することができる。例えば、特開昭62-39879号公報、特開昭56-11461号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアを使用することができる。前記キャリアとしては、核体粒子に樹脂を被覆したキャリアなどを挙げることができる。核体粒子としては、通常の鉄粉、フェライト、マグネタイト造形物などが挙げられ、その平均径は30~200 $\mu$ mのものが使用される。

【0070】前記被覆樹脂としては、例えば、スチレン、バラクロロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸、n-プロピルメタクリル酸ラウリルメタクリル酸2-エチルヘキシル等の $\alpha$ -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。被覆樹脂の使用量は核体粒子100重量部に対して0.1~10重量部、好ましくは0.3~3.0重量部の範囲が適当である。

【0071】前記キャリアの製造には、加熱型ニーダー、加熱型ヘンシェルミキサー、UMミキサーなどを使用することができ、被覆樹脂の量によっては加熱型流動転動床、加熱型キルンなどを使用することができる。本発明の静電荷像現像剤において、トナーとキャリアの混合比に特に制限はなく、目的に応じて適宜設定することができる。

【0072】本発明の画像形成方法は、静電潜像形成工程、トナー画像形成工程、転写工程、及び定着工程を経て定着画像を得るものである。各工程はそれぞれ一般的な工程であり、例えば特開昭56-40868号公報、特開昭49-91231号公報等に記載されている。なお、本発明の画像形成方法は、複写機やファクシミリ機などの画像形成装置に適用することができる。静電潜像は静電潜像担体上

に形成され、現像剤担体上の現像剤を用いて静電潜像を現像し、トナー画像を形成する。トナー画像は定着基材上に転写され、定着部材からの加熱により定着基材上に定着される。

【0073】定着部材の表面エネルギーは小さいほど、定着時に熔融トナーの付着を防止できる。具体的には水との接触角が大きいほど熔融トナーの付着を防止できる。具体的には水との接触角が $80^{\circ}$ 以上、好ましくは $90^{\circ}$ 以上、より好ましくは $100^{\circ}$ 以上が適当である。水との接触角が $80^{\circ}$ を下回ると熔融トナーの付着が生じやすくなり、付着トナーが再度、定着基材に付着してオフセットを発生する。

【0074】定着部材は、少なくとも一方に加熱装置を装着した一對のロールやベルトで構成される。定着基材上に転写されたトナー画像はこの定着部材を通過するときに加熱され熔融されて定着基材上に定着される。定着部材はロール及び／又はベルトをそのまま用いるか、又は表面に樹脂を被覆したものを使用する。定着ロールはシリコンゴム、バイトンゴムなどで作ることができ、定着ベルトはポリアミド、ポリイミド、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等の単独又は2種類以上の混合物で作ることができる。

【0075】前記被覆樹脂としては、例えば、スチレン、バククロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 $n$ -プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸、 $n$ -プロピルメタクリル酸ラウリルメタクリル酸2-エチルヘキシル等の $\alpha$ -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロピルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は単独で使用してもよい、2種以上を併用してもよい。具体例には、テフロン、弗化ビニリデン、弗化エチレン等の含フッ素化合物の単独重合体及び／又は共重合体、エチレン、プロピレン等の不飽和炭化水素の単独重合体及び／又は共重合体を使用することができる。

【0076】一般に定着工程における定着部材と定着基材との接触時間は長いほど、光沢度は増加し、ホットオフセット発生温度は低下し、定着領域をより低温側へ移動する。他方、接触時間が短いほど、光沢度は低下し、コールドオフセットの発生温度が上昇し、定着領域はより高温側へ移動する。そのため接触時間はプロセスとトナー特性とにより決定されるものであるが、本発明の画像形成方法では接触時間を0.02~0.5秒の範囲、好ましくは0.02~0.3秒、より好ましくは0.02~0.2秒の範囲に設定することが、トナーの透明性、光沢度、定着領域のバランスを取るのに有効である。0.02秒を下回るとトナーが十分に熔融せず、透明性が低下するか、極端に高温で定着を行わなければならないため、省電力化に対応できず、定着部材の寿命を短くする。また、接触時間が0.5秒を超えると、定着部材の表面温度に対して光沢度が急激に上昇するため好ましくない。

【0077】定着工程における定着部材と定着基材の接触時の圧力は、 $0.1 \sim 10 \text{ kg/cm}^2$ の範囲が定着画像の光沢度の均一性を得るのに適している。好ましくは $0.3 \sim 10 \text{ kg/cm}^2$ 、より好ましくは $0.5 \sim 10 \text{ kg/cm}^2$ の範囲が適当である。 $0.1 \text{ kg/cm}^2$ を下回ると光沢度の均一性が得られず、 $10 \text{ kg/cm}^2$ を超えると画像の細線がつぶれ、画像再現性が悪化するので好ましくない。

【0078】トナーを定着させるための定着基材は紙、樹脂フィルム等が用いられ、紙の表面の一部又は全面に樹脂をコートし、コート紙として用いることができる。また、樹脂の表面の一部又は全面に他の種類の樹脂をコートし、樹脂コートフィルムとして使用することもできる。また、紙やフィルムの摩擦や摩擦に起因する静電気などによって定着基材が重送したり、定着時に定着基材と画像との界面に離型剤が溶出して密着性を悪化することがある。そのときには、樹脂微粒子、無機微粒子を添加してこれらを防止することが望ましい。

【0079】前記の被覆樹脂の具体例としては、スチレン、バククロスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸 $n$ -プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸、 $n$ -プロピルメタクリル酸ラウリルメタクリル酸2-エチルヘキシル等の $\alpha$ -メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロピルケトン等のビニルケトン類、エチレン、プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロエチレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモ

ノマーからなる共重合体、メチルシリコン、メチルフェニルシリコン等のシリコン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は単独で用いてもよいし、2種以上併用してもよい。

【0080】また、無機微粒子の具体例としては、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、酸化セリウム等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。樹脂微粒子の具体例としては、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。なお、これらの無機微粒子や有機微粒子は流動性助剤、クリーニング助剤等として使用することもできる。

#### 【0081】

【実施例】以下、本発明を実施例により説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。以下の説明において「部」は重量部を意味する。なお、トナーの平均粒径 $D_{50}$ は、コールターカウンター（コールター社製、TA2型）を用いて測定した。前記乳化重合凝集法における樹脂微粒子、着色剤粒子、及び、離型剤粒子の分散液中の平均粒径は、レーザー回折式粒度分布測定装置（堀場製作所社製、LA-700）を用いて測定した。また、トナーの重量平均分子量 $M_w$ 、体積平均分子量 $M_n$ 及びピーク分子量の最大値 $M_p$ は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（東ソー社製、HLC-8120GPC）を用い、THF溶媒、ポリスチレン換算で測定し

#### 〔樹脂粒子分散液(1)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・78部  
アクリル酸ブチル・・・・・・22部  
アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・3.3部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し溶解したものを、非イオン性界面活性剤（三洋化成（株）製、ノニボール9.5）1部及びアニオン性界面活性剤（第一工業製薬（株）製、ネオゲンRK）1.2部をイオン交換水120部に溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム（和光純薬（株）製）1部を溶解したイオン交換水部を投入し、窒素置換を行なった後、前記フラ

#### 〔樹脂粒子分散液(2)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・90部  
アクリル酸ブチル・・・・・・10部  
アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・3.5部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し溶解したものを、非イオン性界面活性剤（三洋化成（株）製、ノニボール9.5）1部及びアニオン性界面活性剤

た。また、トナーのガラス転移温度は示差走査熱量計（島津製作所社製、DSC-50）を用い、昇温速度3℃/分の条件下で測定した。

【0082】静電荷像現像剤の評価は富士ゼロックス社製M VACE 400改造機を用いて富士ゼロックス社製J紙上に未定着画像を形成し、オフライン定着ベンチを用いて140～170℃まで5℃間隔で定着ロールの表面温度を調節し、前述の未定着画像を定着した。得られた画像の画質はソリッド部の光沢度を村上色材社製グロスメーターを用いて測定した。これは画像表面に対し45度の角度で入射した入射光濃度を、135度における反射光濃度を各温度について測定し、前記反射光濃度の前記入射光濃度に対する割合を光沢度とした。

【0083】定着画像表面の光沢度の変化率は次のように求めた。定着部材の表面温度をX℃で定着したときの光沢度を $G_x\%$ 、X℃より5℃低い定着温度（X-5）をY℃としたときの光沢度を $G_y\%$ としたとき、  

$$(X℃における光沢度の変化率) = (G_x - G_y) / (X - Y)$$

で表すことができる。この光沢度の変化率を定着部材の表面温度が140～170℃まで5℃きざみで測定し、この温度領域における光沢度の変化率が最大となる温度と、変化率の最大値を求めた。定着画像表面の表面粗さは、前記光沢度の変化率が最大となる定着画像の表面を接触型表面粗さ計（東京精密社製）を用いて測定した。さらに、変化率の最大となる温度において、未定着画像を連続50枚定着し、1枚目と10枚目と50枚目の光沢度差を目視で評価して表に示した。

#### 【0084】

スコ内を撹拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却して樹脂微粒子分散液(1)を得た。なお、この樹脂粒子分散液(1)の一部を80℃のオープン上に放置して水分を除去し、残留物の特性を測定したところ、 $M_w$ が15,000、 $M_n$ が4,000、 $M_p$ が5,500、T<sub>g</sub>が55℃であった。

#### 【0085】

（第一工業製薬（株）製、ネオゲンRK）1.2部をイオン交換水120部に溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸

アンモニウム（和光純薬（株）製）1部を溶解したイオン交換水部を投入し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液(2)を調製した。残留物のM

〔樹脂粒子分散液(3)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・80部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・20部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・1.4部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し、溶解したものを、アニオン性界面活性剤（日本油脂社（株）製、ニューレックスペーストH）1.8部をイオン交換水150部に溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳

〔樹脂粒子分散液(4)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・72部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・28部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・1.2部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し、溶解したものを、アニオン性界面活性剤（日本油脂社（株）製、ニューレックスペーストH）1.8部をイオン交換水150部に溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳

〔樹脂粒子分散液(5)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・87部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・13部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・0.6部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し溶解したものを、アニオン性界面活性剤（日本油脂社（株）製、ニューレックスペーストH）1.0部及びアニオン性界面活性剤（第一工業製薬（株）製、ネオゲンSC）1.2部をイオン交換水120部に溶解したものに、フラスコ中で

〔樹脂粒子分散液(6)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・70部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・30部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・0.4部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し溶解したものを、アニオン性界面活性剤（日本油脂社（株）製、ニューレックスペーストH）1.0部及びアニオン性界面活性剤（第一工業製薬（株）製、ネオゲンSC）1.2部をイオン交換水120部に溶解したものに、フラスコ中で

〔樹脂粒子分散液(7)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・70部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・30部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・0.1部

以上の原料（いずれも和光純薬（株）製）を混合し溶解したものを、非イオン性界面活性剤（三洋化成（株）製、ノニボール9.5）1部及びアニオン性界面活性剤（第一工業製薬（株）製、ネオゲンRK）1.6部をイオン交換

wは12,000、Mnは3,300、Mpが4,200、Tgは74℃であった。

【0086】

化し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液(3)を調製した。残留物のMwは27,000、Mnは11,000、Mpが10,000、Tgは59℃であった。

【0087】

化し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液(4)を調製した。残留物のMwは30,000、Mnは14,000、Mpが13,000、Tgは52℃であった。

【0088】

分散し、乳化し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液(5)を調製した。残留物のMwは108,000、Mnは24,000、Mpが22,000、Tgは72℃であった。

【0089】

分散し、乳化し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液(6)を調製した。残留物のMwは147,000、Mnは44,000、Mpが40,000、Tgは51℃であった。

【0090】

水120部に溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム（和光純薬（株）製）1部を溶解したイオン交換水部を投入し、樹脂粒子分散液(1)の調製と同様の方

法で、樹脂粒子分散液(7)を調製した。残留物のMwは あった。

230,000、Mnは52,000、Mpが48,000、Tgは52℃で 【0091】

〔樹脂粒子分散液(8)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・・・・・88部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・・・12部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・・・1.5部  
 ジビニルベンゼン・・・・・・・・・・・・0.2部

以上の原料(いずれも和光純薬(株)製)を混合し溶解 子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液  
 したものを、アニオン性界面活性剤(竹本油脂(株)社 10 (8)を調製した。残留物のMwは74,000、Mnは11,00  
 製、バイオニンA-45-D) 1.2部をイオン交換水150部に 0、Mpが16,000、Tgは68℃であった。  
 溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、樹脂粒 【0092】

〔樹脂粒子分散液(9)の調製〕

スチレン・・・・・・・・・・・・・・77部  
 アクリル酸ブチル・・・・・・・・・・・・23部  
 アクリル酸・・・・・・・・・・・・・・2部  
 ドデシルメルカプタン・・・・・・・・・・・・1.6部  
 ジビニルベンゼン・・・・・・・・・・・・0.3部

以上の原料(いずれも和光純薬(株)製)を混合し溶解 子分散液(1)の調製と同様の方法で、樹脂粒子分散液  
 したものを、アニオン性界面活性剤(竹本油脂(株)社 20 (9)を調製した。残留物のMwは82,000、Mnは18,00  
 製、バイオニンA-45-D) 1.2部をイオン交換水150部に 0、Mpが22,000、Tgは55℃であった。  
 溶解したものに、フラスコ中で分散し、乳化し、樹脂粒 【0093】

〔着色剤分散液(1)の調製〕

フタロシアニン顔料・・・・・・・・・・・・20部  
 (大日精化(株)製、PV FAST BLUE)  
 アニオン界面活性剤・・・・・・・・・・・・2部  
 (第一工業製薬(株)製、ネオゲンSC)  
 イオン交換水・・・・・・・・・・・・100部

以上の原料を混合し溶解させた後、ホモジナイザー(IK を調製した。

A社製、ウルトラタラックス)を用いて分散し、着色剤 30 【0094】

(フタロシアニン顔料)を分散させて着色剤分散液(1)

〔着色剤分散液(2)の調製〕

イエロー顔料・・・・・・・・・・・・15部  
 (クラリアントジャパン社製：PY180)  
 アニオン界面活性剤・・・・・・・・・・・・2部  
 (第一工業製薬(株)製：ネオゲンSC)  
 イオン交換水・・・・・・・・・・・・100部

以上の原料を混合し溶解させた後、ホモジナイザー(IK ー顔料を分散させて着色剤分散液(2)を調製した。

A社製、ウルトラタラックス)を用いて分散し、イエロ 【0095】

〔離型剤粒子分散液(1)の調製〕

離型剤(パラフィンワックス)・・・・・・・・・・・・100部  
 (日本精蠟(株)製、HNPC190、融点90℃)  
 アニオン性界面活性剤・・・・・・・・・・・・3部  
 (ライオン(株)製、リバー860K)  
 イオン交換水・・・・・・・・・・・・500部

以上の原料を混合し溶解させた後、ホモジナイザー(IK 散させて離型剤粒子分散液(1)を調製した。

A社製、ウルトラタラックス)を用いて分散した後、圧 【0096】

力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、離型剤粒子を分

〔離型剤粒子分散液(2)の調製〕

離型剤(ポリエチレンワックス)・・・・・・・・・・・・100部

(東洋ペトロライト (株) 製、Polywax 725、融点98℃)

アニオン性界面活性剤・・・・・・・・・・ 2部

(ライオン (株) 製、リパール860 K)

イオン交換水・・・・・・・・・・ 500部

以上の原料を混合し溶解させた後、ホモジナイザー (IKA 社製、ウルトラタラックス) を用いて分散した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、離型剤粒子を分

散させて離型剤粒子分散液(2) を調製した。

【0097】

〔トナー1の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(1)・・・・・・・・・・ 80部

樹脂粒子分散液(7)・・・・・・・・・・ 10部

着色剤分散液(1)・・・・・・・・・・ 6部

離型剤粒子分散液(1)・・・・・・・・・・ 8部

硫酸アルミニウム・・・・・・・・・・ 0.5部

(和光純薬 (株) 製)

イオン交換水・・・・・・・・・・ 500部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー (IKA 社製、ウルトラタラックスT50) を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃まで撹拌しながら加熱した。55℃で20分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約4.7  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(1) を緩やかに10部追加し、さらに55℃で30分加熱撹拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約5.5  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0098】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは2.3であった。そこで、水酸化ナトリウム (和光純薬 (株) 製) を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.2に調整した後、撹拌を継続しながら93℃まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で

〔トナー2の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(2)・・・・・・・・・・ 40部

樹脂粒子分散液(7)・・・・・・・・・・ 50部

着色剤分散液(1)・・・・・・・・・・ 6部

離型剤粒子分散液(1)・・・・・・・・・・ 8部

硫酸アルミニウム・・・・・・・・・・ 0.5部

(和光純薬 (株) 製)

イオン交換水・・・・・・・・・・ 500部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー (IKA 社製、ウルトラタラックスT50) を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で52℃まで撹拌しながら加熱した。52℃で20分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約3.8  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(2) を緩やかに10部追加し、さらに52℃で30分加熱撹拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約4.0  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成さ

乾燥してトナー粒子を得た。

【0099】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は5.8  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は36,000 (請求項の範囲を外れますが宜しいのでしょうか)、 $M_n$ は8,400、 $M_p$ は9,200、 $T_g$ は53℃であった。得られたトナー粒子100部に対して、クロコダイルシリカ (日本アエロジル (株) 製、R972) 1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用い混合してトナー1を得た。

【0100】〔比較用トナー1の製造〕トナー1において、樹脂粒子分散液(1) の分を樹脂粒子分散液(7) に置き換えた以外はトナー1の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ は5.9  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は14,000、 $M_n$ は3,300、 $M_p$ 3,600は、 $T_g$ は53℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー1を得た。

【0101】

れていることが確認された。

【0102】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは2.2であった。そこで、水酸化ナトリウム (和光純薬 (株) 製) を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.2に調整した後、撹拌を継続しながら93℃まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0103】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D$



$D_{50}$  は4.3  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は120,000、 $M_n$ は27,000、 $M_p$ は25,000、 $T_g$ は66℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー2を得た。

【0104】〔比較用トナー2の製造〕トナー2において樹脂粒子分散液(2)の分を樹脂粒子分散液(7)に置き

〔トナー3の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(3)	70部
樹脂粒子分散液(7)	20部
着色剤分散液(2)	7部
離型剤粒子分散液(2)	10部
硫酸アルミニウム	0.6部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	300部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で56℃まで攪拌しながら加熱した。56℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約6.5  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(3)を緩やかに10部追加し、さらに56℃で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約7.0  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0106】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは2.0であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.8に調整した後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ

〔トナー4の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(4)	40部
樹脂粒子分散液(7)	50部
着色剤分散液(2)	7部
離型剤粒子分散液(2)	10部
硫酸アルミニウム	0.6部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	300部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で57℃まで攪拌しながら加熱した。57℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約6.7  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(4)を緩やかに10部追加し、さらに57℃で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると平均粒径 $D_{50}$ が約6.9  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0110】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは1.

換えた以外は、トナー2の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ は5.9  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は12,000、 $M_n$ は28,000、 $M_p$ は3,600、 $T_g$ は72℃であった。トナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー2を得た。

【0105】

過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0107】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は7.3  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は65,000、 $M_n$ は18,000、 $M_p$ は17,000、 $T_g$ は54℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー3を得た。

【0108】〔比較用トナー3の製造〕トナー3において樹脂粒子分散液(3)の分を樹脂粒子分散液(7)に置き換えた以外はトナー3の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ 7.0  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は30,000、 $M_n$ は11,000、 $M_p$ は10,000、 $T_g$ は53℃であった。トナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー3を得た。

【0109】

8であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.6に調整した後、攪拌を継続しながら93℃まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0111】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は7.5  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は131,000、 $M_n$ は32,000、 $M_p$ は29,200、 $T_g$ は52℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー4を得た。

【0112】〔比較用トナー4の製造〕トナー4において、樹脂粒子分散液(4)の分を樹脂粒子分散液(7)に置き換えた以外はトナー4の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ は7.0  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒

〔トナー5の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(3)	20部
樹脂粒子分散液(5)	45部
樹脂粒子分散液(7)	15部
着色剤分散液(1)	7部
離型剤粒子分散液(2)	10部
硫酸マグネシウム	2.2部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	400部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約3.7  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(3)を緩やかに10部追加し、さらに65℃で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると平均粒径 $D_{50}$ が約4.2  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0114】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは1.8であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.6に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱して4時間保持した。その後、反応生成物をろ

〔トナー6の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(4)	20部
樹脂粒子分散液(6)	55部
樹脂粒子分散液(7)	15部
着色剤分散液(1)	7部
離型剤粒子分散液(2)	10部
硫酸マグネシウム	2.2部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	400部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で55℃まで攪拌しながら加熱した。55℃で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約3.9  $\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(4)を緩やかに10部追加し、さらに55℃で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約4.4  $\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0118】<融合工程>この付着粒子分散液のpHは1.

子の $M_w$ は30,000、 $M_n$ は14,000、 $M_p$ は13,000、 $T_g$ は52℃であった。トナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー4を得た。

【0113】

過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0115】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は4.5  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は96,000、 $M_n$ は23,000、 $M_p$ は21,000、 $T_g$ は62℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー5を得た。

【0116】〔比較用トナー5の製造〕トナー5において、樹脂粒子分散液(5)(7)の分を全て樹脂粒子分散液(3)に置き換えた以外はトナー5の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ 4.4  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は24,000、 $M_n$ は10,000、 $M_p$ は10,000、 $T_g$ は53℃であった。トナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー5を得た。

【0117】

7であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.6に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱して4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0119】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は4.9  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は122,000、 $M_n$ は34,000、 $M_p$ 31,000は、 $T_g$ は52℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー6を得た。

【0120】〔比較用トナー6の製造〕樹脂粒子分散液(6)(7)の分を全て樹脂粒子分散液(4)に置き換えた以外はトナー6の製造と同様の方法により平均粒径 $D_{50}$ は $5.0\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は

〔トナー7の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(8)	90部
着色剤分散液(1)	7部
離型剤粒子分散液(1)	10部
硫酸アルミニウム	1.8部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	400部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で $62^\circ\text{C}$ まで攪拌しながら加熱した。 $62^\circ\text{C}$ で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約 $5.1\mu\text{m}$ の凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(8)を緩やかに10部追加し、さらに $62^\circ\text{C}$ で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡で観察すると、平均粒径 $D_{50}$ が約 $5.5\mu\text{m}$ の付着粒子が形成されていることが確認された。

【0122】<融合工程>この付着粒子分散液の $\text{pH}$ は2.6であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬

〔トナー8の製造〕

<凝集工程>

樹脂粒子分散液(9)	90部
着色剤分散液(1)	7部
離型剤粒子分散液(1)	10部
塩化アルミニウム	1.8部
(和光純薬(株)製)	
イオン交換水	400部

以上の成分を丸型ステンレス製フラスコ中に収容し、ホモジナイザー(IKA社製、ウルトラタックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で $53^\circ\text{C}$ まで攪拌しながら加熱した。 $53^\circ\text{C}$ で30分間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が $4.7\mu\text{m}$ である凝集粒子が形成されていることが確認された。この凝集粒子分散液中に樹脂粒子分散液(9)を緩やかに10部追加し、さらに $53^\circ\text{C}$ で30分加熱攪拌を保持した。光学顕微鏡にて観察すると平均粒径 $D_{50}$ が約 $5.1\mu\text{m}$ である付着粒子が形成されていることが確認された。

【0125】<融合工程>この付着粒子分散液の $\text{pH}$ は2.5であった。そこで、水酸化ナトリウム(和光純薬

〔トナー9の製造〕

樹脂粒子分散液(9)	100部
着色剤分散液(1)	5部
離型剤粒子分散液(1)	5部

以上の材料を $90^\circ\text{C}$ で乾燥し、バンバリーミキサーを用いて10分間混練し、空気冷却後、平均粒径約 $0.5\text{mm}$ まで粗

26,000、 $M_n$ は13,000、 $M_p$ は12,000、 $T_g$ は $51^\circ\text{C}$ であった。トナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー6を得た。

【0121】

(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、 $\text{pH}$ を7.4に調整した後、攪拌を継続しながら $92^\circ\text{C}$ まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0123】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は $5.8\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は75,000、 $M_n$ は10,000、 $M_p$ は9,000、 $T_g$ は $68^\circ\text{C}$ であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー7を得た。

【0124】

(株)製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、 $\text{pH}$ を7.4に調整した後、攪拌を継続しながら $90^\circ\text{C}$ まで加熱して6時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機で乾燥してトナー粒子を得た。

【0126】<評価>得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は $5.4\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は81,000、 $M_n$ は18,000、 $M_p$ は20,000、 $T_g$ は $55^\circ\text{C}$ であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー8を得た。

【0127】

粉碎し、その後ジェットミルを用いて平均粒径 $D_{50}$ が $6.5\mu\text{m}$ の微粉トナーを得た。その後、風力分級により微

粉を除去して、体積平均粒径が7.3  $\mu\text{m}$  のトナーを得た。

【0128】＜評価＞得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は7.3  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は80,000、 $M_n$ は16,000、 $M_p$ は15,000、 $T_g$ は54℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理

樹脂粒子分散液(9)の残留物	70部
樹脂粒子分散液(3)の残留物	30部
着色剤分散液(1)の残留物	5部
離型剤粒子分散液(1)の残留物	15部

この混合物と炭酸カルシウム（和光純薬（株）製）5部をイオン交換水1000部中に、ウルトラタラクス（IKA ジャパン社製）で高速撹拌しながら分散させ、平均粒径 $D_{50}$ が5.9  $\mu\text{m}$ の球形粒子を得た。その後70℃で5時間放置し、酢酸エチルを除去した後、1N塩酸100 mlを加え、炭酸カルシウムを除去した後、洗浄、乾燥してトナー10を得た。

【0130】＜評価＞得られたトナー粒子の平均粒径 $D_{50}$ は5.7  $\mu\text{m}$ であった。このトナー粒子の $M_w$ は69,000、 $M_n$ は9,000、 $M_p$ は11,000、 $T_g$ は56℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施してトナー10を得た。

【0131】〔比較用トナー7の製造〕トナー10の製造において、樹脂粒子分散液(3)の残留物を100部に変更し、樹脂粒子分散液(9)の残留物を除いた以外はトナー10の製造と同様の方法により、平均粒径 $D_{50}$ は5.9  $\mu\text{m}$ のトナー粒子を得た。このトナー粒子の $M_w$ は31,000、 $M_n$ は11,000、 $M_p$ は10,000、 $T_g$ は54℃であった。このトナー粒子をトナー1の製造と同様に外添処理を施して比較用トナー7を得た。

【0132】〔キャリア1の製造〕フェライト粒子（パウダーテック（株）製、平均粒径50  $\mu\text{m}$ ）100部とメタクリレート樹脂（三菱レイヨン（株）製、分子量88,000）3.5部とを、トルエン500部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で15分間撹拌混合した後、減圧混合しながら70℃まで昇温しトルエンを留去した後、冷却し、105  $\mu\text{m}$ の篩を用いて分級して樹脂被覆キャリア1を得た。

【0133】〔キャリア2の製造〕フェライト粒子（パウダーテック（株）製、平均粒径50  $\mu\text{m}$ ）100部とシリコーン樹脂（東レーダウコーニング（株）製、SR2411）10部とを、トルエン400部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で15分間撹拌混合した後、減圧混合しながら70℃まで昇温し、トルエンを留去した後、再度150℃まで昇温し、そのまま2時間放置後冷却し、105  $\mu\text{m}$ の篩を用いて分級して樹脂被覆キャリア2を得た。

【0134】〔画像形成方法1〕富士ゼロックス（株）製Aカラー930複写機において、定着機部分を取り出し、離型オイル供給機を除去し、定着ロール及び加圧ロール表面にエチレン・弗化ビニリデン・テトラフルオロエチレン共重合体からなるフィルムをかぶせて複写機を

を施してトナー9を得た。

【0129】〔トナー10の製造〕樹脂粒子分散液(9)、樹脂粒子分散液(3)、着色剤分散液(1)、離型剤粒子分散液(1)をそれぞれ90℃において乾燥して残留物を得た後、次の条件で酢酸エチル300部中に溶解してロールミルで十分に撹拌混合した。

調整した。定着ロール表面の水との接触角は115°、定着基材通過時の定着部材と定着基材の接触圧は8 kg/cm<sup>2</sup>であった。

【0135】〔画像形成方法2〕画像形成方法1において、富士ゼロックス（株）製Aカラー930複写機の定着ロールの代わりに、ポリイミドフィルム表面にメタクリル酸メチル・メタクリル酸パーフロロオクチル共重合体を塗布してなる定着ベルトを装着して複写機を調整した。定着ロール表面の水との接触角は88°、定着基材通過時の定着部材と定着基材の接触圧は0.5 kg/m<sup>2</sup>であった。

【0136】〔実施例1、比較例1〕トナー1とキャリア1をトナー濃度7%になるように撹拌混合し、これを現像機に入れ、3g/m<sup>2</sup>のソリッド部を作製するように未定着像を調整した。これを画像形成方法1の定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が0.04秒になるようにロールの回転速度を調整し、定着ロール表面温度が140～170℃まで5℃おきに定着を行い、定着画像表面の光沢度 $G_m$ （%）及び定着部材の表面温度差1℃当たりの光沢度の変化率 $G_s$ （%/℃）を測定した。また、前記変化率が最大となる前記表面温度で定着するときの、定着画像の表面粗さをJIS B 0601で測定して、算術平均粗さ $R_a$ （ $\mu\text{m}$ ）、十点平均粗さ $R_z$ （ $\mu\text{m}$ ）、最大高さ $R_y$ （ $\mu\text{m}$ ）、凹凸の平均間隔 $S_m$ （mm）、及び局部山頂の平均間隔 $S$ （mm）を測定した。それらの結果は表に示した。また、比較用トナー1についても、トナー1と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0137】〔実施例2、比較例2〕実施例1及び比較例1において、画像形成方法1に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が0.1秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例1及び比較例1と同様に、トナー1及び比較用トナー1について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0138】〔実施例3、比較例3〕実施例1及び比較例1において、画像形成方法1に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は0.04秒のまま、トナーとしてトナー2及び比較用トナー2を用いた以外は実施例1及び比較例1と同様に定着を行い、測定結果を表に示した。

【0139】〔実施例4、比較例4〕実施例3及び比較

例 3 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 3 及び比較例 3 と同様に、トナー 2 及び比較用トナー 2 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0140】〔実施例 5、比較例 5〕実施例 1 及び比較例 1 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.04 秒のまま、トナーとしてトナー 3 及び比較用トナー 3 を、キャリアとしてキャリア 2 を用いた以外は実施例 1 及び比較例 1 と同様に

して定着を行い、測定結果を表に示した。

【0141】〔実施例 6、比較例 6〕実施例 5 及び比較例 5 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 5 及び比較例 5 と同様にし、トナー 3 及び比較用トナー 3 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0142】〔実施例 7、比較例 7〕実施例 5 及び比較例 5 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.04 秒のまま、トナーとしてトナー 4 及び比較用トナー 4 を用いた以外は実施例 5 及び比較例 5 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0143】〔実施例 8、比較例 8〕実施例 7 及び比較例 7 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 5 及び比較例 5 と同様にし、トナー 4 及び比較用トナー 4 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0144】〔実施例 9、比較例 9〕実施例 1 及び比較例 1 において、画像形成方法 2 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.4 秒になるようにロールの回転速度を調整し、トナーとしてトナー 5 及び比較用トナー 5 を、キャリアとしてキャリア 1 を用いた以外は実施例 1 及び比較例 1 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0145】〔実施例 10、比較例 10〕実施例 9 及び比較例 9 において、画像形成方法 2 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.4 秒のまま、トナーとしてトナー 6 及び比較用トナー 6 を用いた以外は実施例 9 及び比較例 9 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0146】〔実施例 11〕実施例 1 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.04 秒になるようにロールの回転速度を調整し、トナーとしてトナー 7 を用いた以外は実施例 1 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0147】〔実施例 12〕実施例 11 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 11 と同様にし、トナー 7 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0148】〔実施例 13〕実施例 11 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.04 秒のまま、トナーとしてトナー 8 を用いた以外は実施例 11 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0149】〔実施例 14〕実施例 13 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 13 と同様にし、トナー 8 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0150】〔実施例 15〕実施例 11 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.04 秒のまま、トナーとしてトナー 9 を用いた以外は実施例 11 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0151】〔実施例 16〕実施例 15 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間が 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 15 と同様にしてトナー 9 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0152】〔実施例 17〕実施例 11 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.04 秒のまま、トナーとしてトナー 10 を用いた以外は実施例 11 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0153】〔比較例 11〕実施例 11 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.04 秒のまま、トナーとして比較用トナー 7 を用いた以外は実施例 11 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0154】〔実施例 18〕実施例 17 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.1 秒になるようにロールの回転速度を調整した以外は実施例 17 と同様にし、トナー 10 について定着を行い、測定結果を表に示した。

【0155】〔比較例 12〕実施例 18 において、画像形成方法 1 に示した定着機の定着ロールと未定着画像の接触時間は 0.1 秒のまま、トナーとして比較用トナー 7 を用いた以外は実施例 18 と同様にして定着を行い、測定結果を表に示した。

【0156】

【表 1】

	トナー	Mw	Mn	Mp	Tg (°C)	定着 <sub>ロール</sub> 接触時間	Gm (%)	Gs (%/°C)	GsT (°C)	Ra (μm)	Ry (μm)	Rz (μm)	Sm (mm)	S (mm)
実施例 1	1	36,000	8,400	9,200	53	0.04	47	1.5	145	2.2	5.0	11.0	0.22	0.11
実施例 2	1	36,000	8,400	9,200	53	0.1	68	0.8	145	1.5	3.3	6.5	0.15	0.06
実施例 3	2	120,000	27,000	25,000	66	0.04	22	1.1	150	3.2	7.5	17.3	0.23	0.10
実施例 4	2	120,000	27,000	25,000	66	0.1	40	0.7	150	2.5	6.2	15.1	0.19	0.09
実施例 5	3	65,000	18,000	17,000	54	0.04	40	0.6	145	1.2	2.3	4.3	0.10	0.05
実施例 6	3	65,000	18,000	17,000	54	0.1	51	0.5	150	1.0	2.0	3.9	0.08	0.05
実施例 7	4	131,000	32,000	29,200	52	0.04	33	0.8	160	1.6	3.6	7.5	0.20	0.12
実施例 8	4	131,000	32,000	29,200	52	0.1	48	0.7	155	1.3	3.4	7.1	0.20	0.13
実施例 9	5	96,000	23,000	21,000	62	0.4	28	1.3	165	3.4	8.8	22.8	0.33	0.24

【0157】

【表2】

	トナー	Mw	Mn	Mp	Tg (°C)	定着 <sub>ロール</sub> 接触時間	Gm (%)	Gs (%/°C)	GsT (°C)	Ra (μm)	Ry (μm)	Rz (μm)	Sm (mm)	S (mm)
実施例10	6	122,000	34,000	31,000	52	0.4	35	1.0	155	2.8	7.5	21.7	0.31	0.22
実施例11	7	75,000	10,000	9,000	68	0.04	25	1.3	170	3.6	9.5	23.9	0.46	0.28
実施例12	7	75,000	10,000	9,000	68	0.1	44	1.1	160	3.0	7.6	20.5	0.31	0.23
実施例13	8	81,000	18,000	20,000	55	0.04	30	1.4	150	3.2	7.1	19.6	0.26	0.19
実施例14	8	81,000	18,000	20,000	55	0.1	55	0.9	150	2.0	5.6	11.8	0.22	0.18
実施例15	9	80,000	16,000	15,000	54	0.04	28	0.3	160	1.3	3.0	6.6	0.11	0.10
実施例16	9	80,000	16,000	15,000	54	0.1	49	1.4	155	1.1	2.2	4.6	0.10	0.08
実施例17	10	69,000	9,000	11,000	66	0.04	26	0.5	165	1.5	4.2	8.5	0.34	0.23
実施例18	10	69,000	9,000	11,000	56	0.1	54	0.8	150	1.2	3.1	6.1	0.29	0.21

【0158】

30

【表3】

	比較用 トナー	Mw	Mn	Mp	Tg (°C)	定着 <sub>ロール</sub> 接触時間	Gm (%)	Gs (%/°C)	GsT (°C)	Ra (μm)	Ry (μm)	Rz (μm)	Sm (mm)	S (mm)
比較例 1	1	14,000	3,300	3,600	53	0.04	57	2.5	145	4.4	12.3	30.0	0.55	0.36
比較例 2	1	14,000	3,300	3,600	53	0.1	74	2.1	145	3.9	10.9	27.0	0.52	0.35
比較例 3	2	12,000	2,800	3,600	72	0.04	42	3.0	155	2.2	9.5	27.6	0.44	0.35
比較例 4	2	12,000	2,800	3,600	72	0.1	60	2.2	150	2.0	8.8	26.9	0.46	0.33
比較例 5	3	30,000	11,000	10,000	53	0.04	48	2.6	145	3.3	13.0	33.2	0.64	0.40
比較例 6	3	30,000	11,000	10,000	53	0.1	55	2.3	145	3.7	14.2	36.7	0.67	0.44
比較例 7	4	30,000	14,000	13,000	62	0.04	40	2.8	155	4.1	15.6	40.4	0.71	0.51
比較例 8	4	30,000	14,000	13,000	52	0.1	53	2.2	155	3.7	14.1	33.3	0.61	0.41
比較例 9	5	24,000	10,000	11,000	53	0.4	35	2.9	155	3.9	15.0	38.8	0.61	0.44
比較例 10	6	26,000	13,000	12,000	51	0.4	56	2.4	145	3.5	13.2	30.4	0.52	0.33
比較例 11	7	31,000	11,000	10,000	54	0.04	43	2.7	145	3.3	14.0	40.2	0.61	0.37
比較例 12	7	31,000	11,000	10,000	54	0.1	61	3.0	145	3.1	10.8	33.3	0.56	0.40

【015.9】（評価）表1～3から明らかなように、実施例1～18で得た定着画像は、比較例1～12に比べ

て、定着部材の表面温度差1℃当たりの光沢度の変化率Gsが小さく、定着画像粗さが小さく画像表面の平滑性

に優れていることが分かる。さらに、実施例1～18、及び、比較例1～12について、50枚の連続定着操作を行なって画像表面の光沢度の均一性について5枚目、10枚目、20枚目、50枚目を目視で評価して表4～

6に結果を示した。

【0160】

【表4】

	トナー	キャリア	接触角 (度)	接触圧 (kg/m <sup>2</sup> )	接触時間 (秒)	光 沢 む ち			
						5枚目	10枚目	20枚目	50枚目
実施例1	1	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例2	1	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例3	2	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例4	2	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例5	3	2	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例6	3	2	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例7	4	2	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例8	4	2	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例9	5	1	88	0.5	0.4	なし	なし	なし	なし

【0161】

20 【表5】

	トナー	キャリア	接触角 (度)	接触圧 (kg/m <sup>2</sup> )	接触時間 (秒)	光 沢 む ち			
						5枚目	10枚目	20枚目	50枚目
実施例10	6	1	88	0.5	0.4	なし	なし	なし	なし
実施例11	7	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例12	7	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例13	8	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例14	8	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例15	9	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例16	9	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし
実施例17	10	1	115	8	0.04	なし	なし	なし	なし
実施例18	10	1	115	8	0.1	なし	なし	なし	なし

【0162】

【表6】



	比較用 トナー	比較 番号	接触角 (度)	接触圧 (kg/m <sup>2</sup> )	接触時間 (秒)	光 沢 む ら			
						5枚目	10枚目	20枚目	50枚目
比較例1	1	1	115	8	0.04	なし	少し発生	発生	発生
比較例2	1	1	115	8	0.1	少し発生	少し発生	発生	発生
比較例3	2	1	115	8	0.04	なし	少し発生	発生	発生
比較例4	2	1	115	8	0.1	少し発生	発生	発生	発生
比較例5	3	1	115	8	0.04	なし	なし	少し発生	発生
比較例6	3	1	115	8	0.1	少し発生	発生	発生	発生
比較例7	4	1	115	8	0.04	なし	なし	少し発生	発生
比較例8	4	1	115	8	0.1	少し発生	発生	発生	発生
比較例9	5	1	88	0.5	0.4	なし	少し発生	発生	発生
比較例10	6	1	88	0.5	0.4	少し発生	少し発生	発生	発生
比較例11	7	1	115	8	0.04	なし	なし	少し発生	発生
比較例12	8	1	115	8	0.1	少し発生	少し発生	発生	発生

【0163】表1～6から明らかなように、実施例1～18は、光沢度の変化率Gsが全て1.8 %以下で、比較例1～12に比べて光沢度の定着温度依存性が少ないため、連続定着等による定着部材の表面温度の変化に対しても優れたトナー特性を維持していることが分かる。

【0164】

【手続補正書】

【提出日】平成12年2月18日（2000. 2. 18）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項3】 静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び、前記トナー画像を定着部材上に定着する工程を含む画像形成方法において、請求項1記載の静電荷像現像用トナーを用い、定着部材の表面温度を140～170℃の範囲で定着し、定着画像表面の光沢度が20%以上で、前記定着部材の表面温度の差1℃当たりの前記光沢度の変化率の最大値が1.8%/℃以下の定着画像を形成することを特徴とする画像形成方法。

【発明の効果】本発明は、前記の構成を採用することにより、連続定着や定着基材に起因する定着温度の変動に対しても光沢度の変動が少なく、表面平滑性に優れた定着画像を安定性して提供できるようになった。特にカラートナーを用いるときに有効であった。

法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正内容】

【0018】(10)静電潜像担持体上に静電潜像を形成する工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像してトナー画像を形成する工程、前記トナー画像を転写体上に転写する工程、及び、前記トナー画像を定着部材上に定着する工程を含む画像形成方法において、前記(1)～(7)のいずれか1つに記載の静電荷像現像用トナーを用い、定着部材の表面温度を140～170℃の範囲で定着し、定着画像表面の光沢度が20%以上で、前記定着部材の表面温度の差1℃当たりの前記光沢度の変化率の最大値が1.8%/℃以下の定着画像を形成することを特徴とする画像形成方法。

フロントページの続き

(72)発明者 庄子 毅  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内  
(72)発明者 渡邊 友紀子  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 前畑 英雄  
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内  
F ターム(参考) 2H05 A401 AA21 AB03 AB06 CA04  
CA21 DA04 FA01 FB02